

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е И Н Й І С Т А Н Д А Р Т

ФЕРРОБОР

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ФЕРРОБОР**Методы определения алюминия****ГОСТ****14021.8—78**

Ferroboron.
Methods for the determination of aluminum

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический криолитовый (при массовой доле алюминия от 0,3 до 15 %) и титриметрический трилонометрический (при массовой доле алюминия от 0,5 до 15 %) методы определения алюминия в ферроборе, применяющимся для легирования сталей и сплавов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

**2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ КРИОЛИТОВЫЙ МЕТОД
ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на отделении алюминия от мешающих элементов фторидом натрия из слабо-кислого раствора, растворении осадка криолита алюминия в смеси борной и соляной кислот и осаждении алюминия ортооксихинолином. Алюминий образует с ортооксихинолином труднорасторимое внутренекомплексное соединение состава $\text{Al}(\text{C}_6\text{H}_5\text{ON})_3$, которое при прокаливании превращается в окись алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 100 и 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Кислота шавелевая по ГОСТ 22180.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный по ТУ 6—09—01—755—88, раствор с массовой долей 40 %.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 80 %.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463, растворы с массовой долей 3,5 и 0,5 %.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, растворы с массовой долей 20 и 25 %.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Пеиздание с Изменениями

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Натрий пиросернокислый.

Раствор комплексообразователя готовят следующим образом: к 1000 см³ лимоннокислого двузамещенного раствора аммония прибавляют 1000 см³ насыщенного при комнатной температуре раствора шавелевокислого аммония и перемешивают.

Смесь борной и соляной кислот готовят следующим образом: к 300 см³ насыщенного при комнатной температуре раствора борной кислоты прибавляют 50 см³ соляной кислоты, 1200 см³ воды и перемешивают.

8-оксихинолин, раствор с массовой долей 5%; готовят следующим образом: 50 г ортооксихинолина растворяют в 50 см³ раствора уксусной кислоты, раствор вливают в 950 см³ воды, нагретой до 60 °C, перемешивают, охлаждают и фильтруют.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: к 1000 см³ теплой воды добавляют 10 см³ раствора уксуснокислого аммония с массовой долей 25% и две капли раствора амиака.

Кислота хлорная, раствор с массовой долей 57%. Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%.

Индикатор универсальный, бумага.

2.3. Проведение анализа

Величину навески ферробора определяют в зависимости от массовой доли алюминия по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г
До 1,0	1,0
Св. 1,0 до 3,0	0,5
» 3,0 » 15,0	0,25

Навеску ферробора помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 20 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают от 3 до 5 мин, затем после растворения основной массы навески добавляют от 10 до 15 см³ раствора фтористоводородной кислоты, 10 см³ горячего раствора хлорной кислоты, нагревают до появления густых паров хлорной кислоты, нагревают до появления густых паров хлорной кислоты.

Стенки чашки обмывают водой и выпаривают досуха. В охлажденную чашку приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, затем приливают от 50 до 60 см³ горячей воды. Содержимое чашки переводят в стакан вместимостью от 300 до 400 см³ и нагревают раствор до кипения. Осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают его 6—8 раз горячим раствором серной кислоты 1 : 100. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при температуре от 700 до 800 °C. Прибавляют 2 г пиросернокислого натрия и сплавляют от 3 до 5 мин при температуре от 700 до 750 °C. Тигель охлаждают, плав выщелачивают в 50 см³ горячей воды и, не фильтруя, растворы объединяют.

Охлажденный раствор объемом около 150 см³ нейтрализуют амиаком по универсальной индикаторной бумаге до pH от 4 до 5 и добавляют 14 капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1.

Раствор охлаждают, приливают 80 см³ раствора комплексообразователя, перемешивают около 2 мин, приливают 80 см³ раствора фторида натрия с массовой долей 3,5%, энергично перемешивают 2—3 мин, после чего выпавшему осадку криолита дают отстояться 20—30 мин.

Осадок криолита отфильтровывают на один плотный фильтр с добавлением небольшого количества фильтробумажной массы. Осадок промывают от 10 до 15 раз раствором фтористого натрия с массовой долей 0,5% и растворяют на фильтре от 70 до 80 см³ кипящей смеси соляной и борной кислот. Раствор собирают в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан.

Через 20 мин осадок криолита-алюминия (при малом содержании алюминия осадок почти незамечен вследствие близких коэффициентов преломления у раствора и кристаллов осадка) отфильтровывают на два фильтра «синяя лента». Осадок промывают 10—15 раз раствором фтористого натрия с массовой долей 0,5% и растворяют на фильтре 70—80 см³ кипящей смеси борной и соляной кислот. Раствор собирают в стакан, в котором происходило осаждение. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан.

К полученному раствору прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого, раствор амиака до перехода окраски раствора из красной в желтую, а затем по каплям добавляют соляную кислоту до перехода окраски в розовый цвет и в избыток пять капель.

К солянокислому раствору приливают 10 см³ раствора 8-оксихинолина и 10 см³ раствора уксуснокислого аммония с массовой долей 20%. После перемешивания и появления муты прибавляют еще 25 см³ уксуснокислого аммония и 5 см³ раствора амиака (после прибавления каждого

реактива раствор перемешивают). Содержимое стакана нагревают до 60—70 °С и выдерживают при этой температуре в течение 10—15 мин до коагуляции осадка оксихинолята алюминия. Осадку дают отстояться в теплом месте в течение 30 мин.

Осадок оксихинолята алюминия отфильтровывают на два беззольных фильтра «белая лента» и промывают 10—12 раз промывной жидкостью. Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель. На фильтр с осадком насыпают 2—3 г безводной шавелевой кислоты, высушивают, озолят при температуре не выше 400 °С и прокаливают при 1100—1200 °С до постоянной массы.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] 0,5292 \cdot 100}{m_5},$$

где m_1 — масса тигля с осадком окиси алюминия, г;

m_2 — масса пустого тигля, г;

m_3 — масса тигля с осадком контрольного опыта, г;

m_4 — масса пустого тигля для контрольного опыта, г;

0,5292 — коэффициент пересчета окиси алюминия на алюминий;

m_5 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ ТРИЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на отделении алюминия от железа сплавлением пробы со щелочью; небольшое количество марганца и никеля связывают сульфидом натрия. К алюминиевому раствору добавляют избыточное количество трилона Б и нейтрализуют раствор до pH 5—6. Избыток трилона Б оттитровывают уксуснокислым цинком в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого или дитизона до резкого перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную. Трилонат алюминия разрушают добавлением фтористого натрия. При нагревании алюминий переходит в более прочное фтористое соединение. Освободившийся трилон Б оттитровывают уксуснокислым цинком.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей 3,5 и 25 %.

Натрий сернистый по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) спиртовой раствор с массовой долей 0,04 % (хранят в темном месте не более 2—3 сут).

Конго красный, водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Бумага конго.

Алюминий металлический особой чистоты.

Натрия пероксид.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Железо металлическое ТУ 6-09-5404-88.

Натрий фтористый, раствор с массовой долей 3,5 %.

Буферный уксуснокислый раствор; готовят следующим образом: 500 г уксуснокислого аммония растворяют в 1000 см³ воды, добавляют 20 см³ ледяной уксусной кислоты и перемешивают.

Ксиленоловый оранжевый, готовят следующим образом: 0,1 г индикатора растирают с 10 г хлористого натрия.

Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка устанавливают по стандартному раствору алюминия следующим образом: берут навески металлического железа, не содержащего

С. 4 ГОСТ 14021.8—78

алюминий, в зависимости от его содержания в пробе, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 25 см³ стандартного раствора алюминия, 30 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, окисляют раствор несколькими каплями азотной кислоты до прекращения вследствия раствор, раствор выпаривают до объема 10 см³, приливают от 50 до 60 см³ воды и нагревают до растворения солей, нейтрализуют раствором гидрата окиси натрия с массовой долей 25 % и далее анализ проводят, как указано в пп. 3.3.1 и 3.3.2. Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов. Массовую концентрацию раствора уксуснокислого цинка (*C*), выраженную в граммах алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 V}{V_1 - V_2},$$

где *C*₁ — массовая концентрация стандартного раствора алюминия, г/см³;

V — объем стандартного раствора алюминия, см³;

*V*₁ — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование ЭДТА, выделившегося после прибавления раствора фтористого натрия, см³;

*V*₂ — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование ЭДТА, выделившегося после прибавления раствора фтористого натрия при проведении контрольного опыта, см³.

Стандартный раствор алюминия готовят следующим образом: 0,5 г металлического алюминия растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1. Если необходимо раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,0005 г алюминия.

Трилон Б, раствор 0,0125 моль/дм³, готовят следующим образом: 4,65 г трилона Б растворяют в 250—300 см³ воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному образцу ферробора, который проводят через весь ход анализа, или по металлическому алюминию особой чистоты.

Для установки массовой концентрации раствора трилона Б отбирают по 10 см³ стандартного раствора алюминия в три конические колбы вместимостью по 250 см³, добавляют по 50 см³ воды, по 5 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 %, по 20 см³ раствора трилона Б и нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, по конго красному до перехода окраски раствора из красной в сине-фиолетовую.

К нейтрализованному раствору приливают 20 см³ уксуснокислого буферного раствора, кипятят 2—3 мин, охлаждают, добавляют 2 см³ дитизона или 0,2—0,3 г ксиленолового оранжевого и титруют уксуснокислым цинком до резкого перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (*C*), выраженную в граммах алюминия, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_1 v}{(v_1 - v_2) K},$$

где *C*₁ — титр стандартного раствора алюминия, 0,0005 г/см³;

v — количество стандартного раствора алюминия, см³;

*v*₁ — количество раствора трилона Б, взятое с избытком, см³;

*v*₂ — количество уксуснокислого цинка, израсходованное на обратное титрование избытка раствора трилона Б, см³;

K — соотношение между раствором трилона Б и уксуснокислым цинком.

Для установления соотношения *K* в три конические колбы вместимостью по 250 см³ вливают из бюретки по 10 см³ раствора трилона Б, по 50 см³ воды, по 5 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 10 %, нейтрализуют раствор соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, по конго красному до перехода окраски раствора из красной в сине-фиолетовую, добавляют 20 см³ уксуснокислого буфера, 2 см³ дитизона или 0,2—0,3 г смеси ксиленолового оранжевого и титруют уксуснокислым цинком до резкого перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную.

Соотношение между растворами трилона Б и уксуснокислого цинка (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{v}{v_1},$$

где v — количество раствора трилона Б, взятое для титрования, см³;

v_1 — количество уксуснокислого цинка, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. При растворении ферробора хлорной кислотой массу навески, в зависимости от содержания алюминия определяют по табл. 1, помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 20 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают от 3 до 5 мин, затем прибавляют раствор фтористоводородной кислоты от 10 до 15 см³, после растворения основной массы навески добавляют 10 см³ горячего раствора хлорной кислоты и выпаривают до появления густых паров.

Стенки чашки обмывают водой и упаривают досуха. В охлажденную чашку приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, затем приливают от 50 до 60 см³ горячей воды. Содержимое чашки помещают в стакан вместимостью от 300 до 400 см³, чашку хорошо обмывают водой. Содержимое стакана нагревают до кипения. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают его от 6 до 8 раз горячим раствором соляной кислоты, разбавленной 1 : 100. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озолят и прокаливают при температуре от 700 до 800 °C. Прибавляют 2 г пиросернокислого натрия и сплавляют в течение 10 мин при температуре от 700 до 750 °C. Тигель охлаждают, плав выщелачивают в 50 см³ горячей воды и, не фильтруя, растворы объединяют.

Раствор выпаривают до объема 100 см³, нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 25 % по бумаге Конго при перемешивании до перехода окраски бумаги в красный цвет. Затем тонкой струй при энергичном перемешивании приливают в избыток 30 см³ кипящего раствора гидроокиси натрия с массовой долей 25 %. Приливают 0,5 см³ раствора сернистокислого натрия. Раствор кипятят от 2 до 3 мин и охлаждают. Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и хорошо перемешивают. Раствор фильтруют в сухую колбу через сухой фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Аликвотную часть фильтрата и объем добавляемого раствора трилона Б определяют по табл. 2, дальше анализ ведут в соответствии с п. 3.3.2.

3.3.2. Разложение ферробора сплавлением с пероксидом натрия

Навеску ферробора помещают в никелевый тигель, в котором находится 8—10 г гидроокиси натрия (предварительно расплавленного и охлажденного). Сверху навеску покрывают 0,5 г пероксида натрия. Содержимое тигля помещают в часть муфельной печи температурой около 200 °C и выдерживают при этой температуре до расплавления щелочи. Затем продвигают тигель в более горячую часть муфельной печи и сплавляют при 650—700 °C в течение 5 мин, периодически перемешивая плав круговым движением тигля. Содержимое тигля охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, накрывают часовым стеклом и выщелачивают в 100 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 3,5 % при нагревании. Тигель обмывают горячей водой. Содержимое стакана нагревают до кипения, прибавляют пять капель этилового спирта и 0,5 см³ раствора сернистого натрия. Раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают, доводят до метки водой, перемешивают и оставляют на 10—15 мин, затем отфильтровывают на фильтр «синяя лента» в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают. Аликвотную часть фильтрата и количество добавляемого раствора трилона Б определяют в зависимости от содержания алюминия по табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Аликвотная часть, см ³	Количество раствора трилона Б, см ³
От 0,5 до 2,0	100	20
Св. 2,0 * 5,0	100	30
* 5,0 * 10,0	50	25
* 10,0 * 15,0	50	35

С. 6 ГОСТ 14021.8—78

Взяту аликовитую часть фильтрата помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, из бюретки прибавляют необходимое количество раствора трилона Б, раствор нейтрализуют соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, по конго красному до перехода окраски раствора из красной в сине-фиолетовую, приливают 20 см³ уксуснокислого буферного раствора и кипятят 2—3 мин. Затем раствор охлаждают и добавляют 0,2—0,3 г ксиленолового оранжевого или 2 см³ дитизона. Избыток раствора трилона Б оттитровывают раствором уксуснокислого цинка до резкого перехода окраски раствора из желтой в малиново-красную. Добавляют 80 см³ раствора фтористого натрия, нагревают до перехода окраски раствора из розовой в желтую. Раствор охлаждают, добавляют 0,2—0,3 г ксиленолового оранжевого или 2 см³ дитизона. Освободившийся трилон Б из трилоната алюминия оттитровывают раствором уксуснокислого цинка. Через весь ход анализа проводят контрольный опыт.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) C 100}{m},$$

где V — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б, выделившегося после прибавления раствора фтористого натрия, см³;

V_1 — объем раствора уксуснокислого цинка, израсходованный на титрование раствора трилона Б, выделившегося после прибавления раствора фтористого натрия при проведении контрольного опыта, см³;

C — концентрация раствора уксуснокислого цинка, выраженная в г/см³ алюминия;

m — масса навески, соответствующая аликовитой части навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности при определении массовой доли алюминия приведены в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля алюминия	Погрешность результатов анализа	Допускаемое расхождение %			
		результатов двух анализов	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,3 до 1,0 включ.	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
Св. 1,0 » 2,0 »	0,07	0,08	0,07	0,08	0,04
» 2,0 » 5,0 »	0,11	0,14	0,12	0,14	0,07
» 5,0 » 10,0 »	0,15	0,19	0,16	0,20	0,10
» 10,0 » 15,0 »	0,22	0,28	0,23	0,28	0,14

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

И.К. Майборода, В.В. Мирошниченко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.08.78 № 2330

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2206-80

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14021.8-68

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61-75	2.2, 3.2	ГОСТ 5712-78	2.2
ГОСТ 2053-77	3.2	ГОСТ 9656-75	2.2
ГОСТ 3117-78	2.2, 3.2	ГОСТ 10484-78	2.2
ГОСТ 3118-77	2.2, 3.2	ГОСТ 18300-87	2.2, 3.2
ГОСТ 3760-79	2.2	ГОСТ 22180-76	2.2
ГОСТ 4204-77	2.2	ГОСТ 25207-85	1.1
ГОСТ 4233-77	3.2	ГОСТ 28473-90	1.1
ГОСТ 4328-77	3.2	ТУ 6-09-01-755-88	2.2
ГОСТ 4461-77	2.2	ТУ 6-09-5404-88	3.2
ГОСТ 4463-76	2.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., мае 1989 г. (ИУС 11-81, 8-89)

Редактор В.П. Огурцов
 Технический редактор В.Н. Прусакова
 Корректор И.Л. Шнейдер
 Компьютерная верстка Л.А. Круговой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 21.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,83.
 Тираж 133 экз. С2650. Зак. 1014.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Коломенский пер., 14.
 Набрано и Издательство на ПЭВМ
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256
 ПЛР № 040138